

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 61198046
PUBLICATION DATE : 02-09-86

APPLICATION DATE : 27-07-85
APPLICATION NUMBER : 60166451

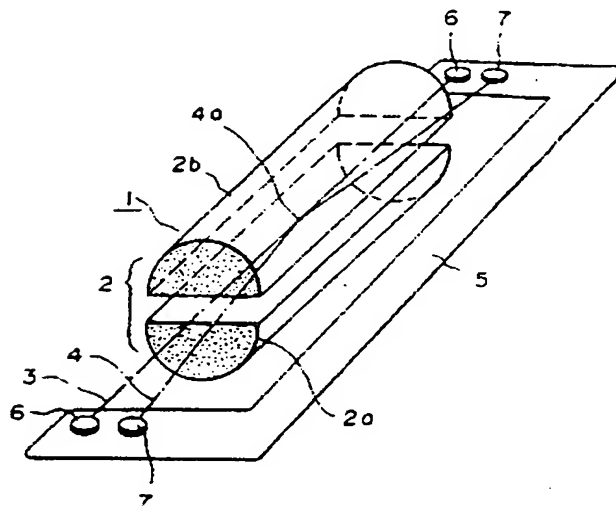
APPLICANT : SHOWA DENKO KK;

INVENTOR : FUKUNAGA HIROSHI;

INT.CL. : G01N 25/18

TITLE : METHOD AND INSTRUMENT FOR
MEASURING THERMAL
CONDUCTIVITY

$$\lambda = K' \frac{I^2 (\tau_4 \ln \tau_4 - \tau_3 \ln \tau_3 - \tau_2 \ln \tau_2 + \tau_1 \ln \tau_1)}{\int_{\tau_3}^{\tau_4} T d\tau - \int_{\tau_1}^{\tau_2} T d\tau} \cdot H'$$



ABSTRACT : PURPOSE: To reduce a measuring error by placing a heating wire and a temperature measuring element between a material whose thermal conductivity is already known and a sample, supplying electric power to the heating wire, and executing a measurement of thermal conductivity based on an integral value to the time of its measuring temperature.

CONSTITUTION: A sample part 2 is formed by a semi-cylindrical sample 2a and a semi-cylindrical material 2b whose thermal conductivity is already known, and a heating wire 3 and a thermocouple 4 which has been brought to spot welding to said wire by a hot junction 4a are placed between them and arranged. In this state, a prescribed power is supplied to the heating wire 3, and based on a difference of an integral value of a temperature T between two time points τ_1, τ_2 after its supply start time point, and an integral value of a temperature T between two time points τ_3, τ_4 after said time point, thermal conductivity λ is calculated by an expression. (provided that I: a current of the heating wire, K', H': constants by a standard sample whose thermal conductivity has been determined). Accordingly, a measurement can be executed exactly without being influenced by a measuring error, and also it can be automated.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-198046

⑪ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)9月2日

G 01 N 25/18

8406-2G

審査請求 有 発明の数 3 (全12頁)

⑭ 発明の名称 熱伝導率測定方法及び装置

⑯ 特 願 昭60-166451

⑰ 出 願 昭54(1979)10月25日

⑱ 特 願 昭54-137906の分割

⑲ 発 明 者 荒 川 美 明 横浜市磯子区汐見台3丁目2番地
⑲ 発 明 者 館 龍 一 東京都大田区東矢口1丁目4番6号
⑲ 発 明 者 福 永 浩 川崎市中原区宮内1350
⑳ 出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門1丁目13番9号
㉑ 代 理 人 弁理士 志賀 正武

明 細 書

1. 発明の名称

熱伝導率測定方法及び装置

2. 特許請求の範囲

(1) 熱伝導率が既知の材料と、試料との間に加熱線とこの加熱線又は加熱線近傍の温度を測定する測温素子とを配設し、上記加熱線に一定電力を供給し、この加熱線又は加熱線近傍の温度変化にもとづいて試料の熱伝導率を求める方法において、加熱線への電力供給開始時すなわち零時点以降の2時点 r_1 、 r_2 間の加熱線又は加熱線近傍の測定温度 T の積分値 $\int_{r_1}^{r_2} T dr$ と、2時点 r_3 、 r_4 間の測定温度 T の積分値 $\int_{r_3}^{r_4} T dr$ (ただし $r_1 < r_4$) との差 $\int_{r_3}^{r_4} T dr - \int_{r_1}^{r_2} T dr$ にもとづいて下式(1)から熱伝導率 λ を算出するようにしたことを特徴とする熱伝導率測定方法。

$$\lambda = K' \frac{I^2 (r_4 \ln r_4 - r_3 \ln r_3 - r_2 \ln r_2 + r_1 \ln r_1)}{\int_{r_3}^{r_4} T dr - \int_{r_1}^{r_2} T dr} \quad \text{--- (1)}$$

(但し、 I :加熱線を通れる一定電流、 K' 、 H' :熱伝導率の定まつた標準試料によつて決定される常数)

(2) r_2 、 r_3 が $r_2 = r_3 = r_{23}$ であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の熱伝導率測定方法。

(3) 熱伝導率が既知の材料と試料との間に配設されるとともに一定電力を供給される加熱線と、同じく試料内に配設され上記加熱線又は加熱線近傍の温度を測定する測温素子と、この測温素子からの出力電圧 V を積分する積分器と、この積分器からのアナログ情報をデジタル情報に変換するA/D変換器と、熱伝導率演算のために必要とされる定数を記憶するとともに上記A/D変換器からの情報を記憶する記憶装置と、電力供給開始の零時点から r_1 時間経過後に上記積分器へ積分開始信号を出力し、 r_{23} 、 r_4 時点での積分値情報 $\int_{r_1}^{r_{23}} V dr$ 、 $\int_{r_1}^{r_4} V dr$ を記憶装置に記憶せるとともに、これら積分値情報を演算して $X = \int_{r_1}^{r_4} V dr - 2 \int_{r_1}^{r_{23}} V dr$ を

求め、この値Xより $\int_{r_1}^{r_4} Tdr - \int_{r_1}^{r_{23}} Tdr$ を求め、この値にもとづいて、下式(10)を演算して熱伝導率を算出する処理装置と、この処理装置によつて算出された熱伝導率 λ を表示する熱伝導率表示装置とを具備するデジタル演算式の熱伝導率測定装置。

$$\lambda = K' \frac{I^2 (r_4 \ln r_4 - 2 r_{23} \ln r_{23} + r_1 \ln r_1)}{\int_{r_{23}}^{r_4} Tdr - \int_{r_1}^{r_{23}} Tdr} - H' \quad \text{----- (10)}$$

(但し、I：加熱線を通れる一定電流、K'、H'：熱伝導率の定まつた標準試料によつて決定される定数、)

- (4) 熱伝導率が既知の材料と試料との間に配設されるとともに一定電力を供給される加熱線と、同じく試料内に配設され上記加熱線又は加熱線近傍の温度を測定する測温素子と、この測温素子からの出力電圧Vを積分する積分器と、上記測温素子と積分器との間に介挿されたスイッチング手段と、コンデンサからなるメモリとスイッチング手段とを有する2組の回路を並列に接

続してなり、上記積分器からの出力を記憶する記憶回路と、電力供給開始の零時点から t_1 時間経過後に測温素子と積分器との間に介挿されたスイッチング手段に制御信号を送つて積分器の積分動作を開始させ、 t_{23} 時点において上記記憶回路の一方のスイッチング手段に制御信号を送つてこのスイッチング手段をONからOFFに切換えることにより一方のメモリに積分値情報 $\int_{r_1}^{r_{23}} Vdr$ を記憶させ、 t_4 時点において上記記憶回路の他方のスイッチング手段に制御信号を送つてこのスイッチング手段をONからOFFに切換えることにより積分値情報 $\int_{r_1}^{r_4} Vdr$ を記憶させる制御回路と上記記憶回路の各メモリの出力にもとづき $X = \int_{r_1}^{r_4} Vdr - 2 \int_{r_1}^{r_{23}} Vdr$ の演算を行う演算器と、この演算器からの情報Xより、 $\int_{r_{23}}^{r_4} Tdr - \int_{r_1}^{r_{23}} Tdr$ を求め、この値にもとづいて、下式(10)を演算して、熱伝導率 λ を算出する演算器と、この演算器からの出力を受けて熱伝導率を表示する熱伝導率表示装置とを具備したことを特徴とするアナログ演算式の

熱伝導率測定装置。

$$\lambda = K' \frac{I^2 (r_4 \ln r_4 - 2 r_{23} \ln r_{23} + r_1 \ln r_1)}{\int_{r_{23}}^{r_4} Tdr - \int_{r_1}^{r_{23}} Tdr} - H' \quad \text{----- (11)}$$

(但し、I：加熱線を通れる一定電流、K'、H'：熱伝導率の定まつた標準試料によつて決定される定数、)

3. 発明の詳細な説明

本発明はいわゆる非定常熱線法と称される熱伝導率の測定方法およびこの方法にもとづいて自動的に熱伝導率を測定する装置に関する。

従来の非定常熱線法について詳述すると、たとえ円柱状の試料の中心軸上に加熱線を配設し、この加熱線に一定電力を供給し、この時の加熱線又は加熱線近傍の温度変化を測温素子により測定し、この温度変化にもとづいて前記試料の熱伝導率を計算して求めている。すなわち、加熱線に電力を供給すると、この加熱線から熱が発生しこの熱は試料内を拡散して外方へ逃げる。したがつて、試料の熱伝導率が高ければ加熱線で発生した熱は

拡散しやすくこのため加熱線の温度は緩やかに上昇するが、試料の熱伝導率が低いと加熱線で発生する熱は拡散しにくくこのため加熱線の温度は急勾配で上昇する。(なお、この現象は、電力供給開始直後にはあてはまらず後述するように電力供給開始から一定時間経過した時間においてみられる現象である)。このような現象に着目して、上記加熱線の温度変化を測定することにより熱伝導率を測定できるものである。

次に上記現象を理論的に説明する。熱の拡散方程式は一般に次式で表わされる。

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \left(\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \right) \quad \text{--- (1)}$$

ここで

T：温度

t：時間

α ：熱拡散率

r：熱源(加熱線)からの距離

上記(1)式を解く際、次の3条件を代入する。

第1の条件は

$r=0$ 、 $0 \leq r < \infty$ で $T=T_0$ = 一定

第2の条件は

$r > 0$ 、 $r \rightarrow \infty$ で $T = T_0$

第3の条件は

$$q = -2\pi r \lambda \frac{\partial T}{\partial r} = \text{一定}$$

ここで q は加熱線からの熱流であり

$$q = RI^2/L \text{ (W/m)}$$

と表わすことができる。

ただし R : 加熱線の抵抗

I : 加熱線を通れる電流

L : 加熱線の長さ

上記3条件を考慮して(1)式を解くと、

$$\begin{aligned} T &= \frac{q}{4\pi\lambda} \left\{ \gamma - \text{Ei} \left(\frac{r^2}{4\alpha\tau} \right) \right\} + T_0 \\ &= \frac{q}{4\pi\lambda} \left\{ -\gamma - \text{Ei} \left(\frac{r^2}{4\alpha\tau} \right) + \frac{r^2}{4\alpha\tau} - \frac{\left(\frac{r^2}{4\alpha\tau} \right)^2}{4} \dots \right\} \\ &\quad + T_0 \dots \dots \dots (2) \end{aligned}$$

ここで

Ei は積分指数関数を表わし

λ : 試料の熱伝導率

$$T_2 - T_1 = \frac{q}{4\pi\lambda} \ln(r_2/r_1)$$

となり、故に

$$\lambda = \frac{q}{4\pi} \cdot \frac{\ln(r_2/r_1)}{T_2 - T_1} \dots \dots \dots (6)$$

が成立する。この(6)式から明らかなように、熱伝導率 λ は r_1 、 r_2 時点での加熱線又は加熱線近傍温度 T_1 、 T_2 を測定することにより求まるものである。

しかしながら、上述した従来方法にあつては、以下の不都合が生ずる。すなわち、測定値には一定範囲の誤差は避けられず、上述したように r_1 時点および r_2 時点での加熱線温度を測定し、この測定温度 T_1 、 T_2 を(6)式に代入して熱伝導率を求めると、この測定温度 T_1 、 T_2 誤差が直接熱伝導率の値に影響してしまい、正確な熱伝導率の測定が困難であつた。特に、熱伝導率測定装置により自動的に測定温度 T_1 、 T_2 を測定して熱伝導率を算出する場合には、上記温度を測定中に雑音が入つて誤差を生じて修正することが困難

r : オイラーの定数 (= 0.5772...)

上記(2)式において、 $\frac{r^2}{4\alpha\tau}$ が充分小さい場合は、 $\frac{r^2}{4\alpha\tau}$ 以降の高次項が無視でき、次式で表わされる。

$$T = \frac{q}{4\pi\lambda} \left\{ \ln \frac{4\alpha\tau}{r^2} - \gamma \right\} + T_0 \dots \dots (3)$$

ここで

$\frac{r^2}{4\alpha\tau}$ が充分小さいとする仮定が成り立つ限界の時間を τ'_0 とすると、(3)式は $r \geq r'_0$ を条件として成立する。そして、従来の熱伝導率測定方法にあつては、上記時点 τ'_0 を経過した2時点 τ_1 、 τ_2 での温度 T_1 、 T_2 を測定して熱伝導率を求めるものである。詳述すると、 τ_1 時点での測定温度を T_1 として(3)式に代入すると、

$$T_1 = \frac{q}{4\pi\lambda} \left\{ \ln \left(\frac{4\alpha\tau_1}{r^2} \right) - \gamma \right\} + T_0 \dots (4)$$

また、 τ_2 時点での測定温度を T_2 として(3)式に代入すると、

$$T_2 = \frac{q}{4\pi\lambda} \left\{ \ln \left(\frac{4\alpha\tau_2}{r^2} \right) - \gamma \right\} + T_0 \dots (5)$$

ここで(5)式 - (4)式の演算を行なうと

であり、正確な熱伝導率を測定することができなかった。また、特に熱伝導率の大きい試料の場合には、熱電対(測温素子)からの出力が小さく、このため上記温度 T_1 、 T_2 の測定誤差は熱伝導率に大きく影響してしまい、熱伝導率を正確に測定するのはさらに困難であつた。

上述した従来の非定常熱線法は加熱線の周囲が全て試料で囲まれている場合についてであつたが、加熱線を熱伝導率が既知の材料と試料との間に挟んで測定する改良型の非定常熱線法(例えば、特願昭47-127653、特願昭48-107514など)においても、全く同様に、測定温度 T_1 、 T_2 の誤差の影響の大きいことがいえる。

この発明は上述した事情にもとづきなされたものでその目的とするところは、測定温度の時間に対する積分値にもとづき熱伝導率の測定を行なうことにより、特定の時点による測定誤差の影響を受けることなく正確に熱伝導率を測定する方法を提供するとともに、この測定方法を実施して自動的に熱伝導率を測定できる装置を提供しようとするものである。

次に、本発明で参考とする理論を展開する。

前述した第(3)式を時間 $r_1 \sim r_2$ について積分すると以下ようになる。

$$\begin{aligned} \int_{r_1}^{r_2} T dr &= \frac{q}{4\pi\lambda} \int_{r_1}^{r_2} \left(\ln \frac{4\alpha r}{r^2} - r \right) dr + \int_{r_1}^{r_2} T_0 dr \\ &= \frac{q}{4\pi\lambda} \left[\left(\ln \frac{4\alpha}{r^2} - r \right) r + r \ln r - \frac{r^2}{2} \right]_{r_1}^{r_2} + [T_0 r]_{r_1}^{r_2} \quad \text{----- (7)} \end{aligned}$$

(7)式における右辺第2項を左辺に移項するとともに両辺を $r_2 - r_1$ (ただし $r_2 > r_1$) で割ると次式になる。

$$\begin{aligned} \frac{1}{r_2 - r_1} \int_{r_1}^{r_2} T dr - T_0 &= \frac{q}{4\pi\lambda} \left\{ \left(\ln \frac{4\alpha}{r^2} - r \right) + \frac{r_2 \ln r_2 - r_1 \ln r_1}{r_2 - r_1} - 1 \right\} \quad \text{----- (8)} \end{aligned}$$

同様に(3)式を時間 $r_3 \sim r_4$ (ただし $r_4 > r_3$, $r_1 < r_4$) について積分することにより次式を得る。

温度 T の積分値 $\int_{r_1}^{r_2} T dr$ および $\int_{r_3}^{r_4} T dr$ を求め、これを第(8)式に代入することにより熱伝導率 λ を求めることができる。このように測定温度の積分値 $\int_{r_1}^{r_2} T dr$ 、 $\int_{r_3}^{r_4} T dr$ にもとづき熱伝導率 λ を求めるものであるから、特定時点での測定温度の誤差が熱伝導率 λ の値に直接影響するのを防止でき、正確な熱伝導率 λ を求めることができる。

なお、 $r_2 - r_1 = r_4 - r_3$ の条件を付け加えれば、(8)式は次のように簡単になる。

$$\lambda = \frac{q}{4\pi} \cdot \frac{r_4 \ln r_4 - r_3 \ln r_3 - r_2 \ln r_2 + r_1 \ln r_1}{\int_{r_3}^{r_4} T dr - \int_{r_1}^{r_2} T dr} \quad \text{--- 02}$$

さらに、 $r_2 = r_3 = r_{23}$ の条件を付け加えれば(8)式は次式のようにさらに簡単になる。

$$\lambda = \frac{q}{4\pi} \cdot \frac{r_4 \ln r_4 - 2 r_{23} \ln r_{23} + r_1 \ln r_1}{\int_{r_{23}}^{r_4} T dr - \int_{r_1}^{r_{23}} T dr} \quad \text{--- 03}$$

なお、上述した熱伝導率測定方法にあつては、試料全体を熱伝導率が未知の材料で形成した場合について適用されるが、本発明は試料を半割にして一方を熱伝導率が未知の材料で形成し、他方を熱伝導率が既知の材料で形成し、これらの間に加

$$\begin{aligned} \frac{1}{r_4 - r_3} \int_{r_3}^{r_4} T dr - T_0 &= \frac{q}{4\pi\lambda} \left\{ \left(\ln \frac{4\alpha}{r^2} - r \right) + \frac{r_4 \ln r_4 - r_3 \ln r_3}{r_4 - r_3} - 1 \right\} \quad \text{----- (9)} \end{aligned}$$

そして(9)式 - (8)式の演算をして次式を得る。

$$\begin{aligned} \frac{1}{r_4 - r_3} \int_{r_3}^{r_4} T dr - \frac{1}{r_2 - r_1} \int_{r_1}^{r_2} T dr &= \frac{q}{4\pi\lambda} \left\{ \frac{r_4 \ln r_4 - r_3 \ln r_3}{r_4 - r_3} - \frac{r_2 \ln r_2 - r_1 \ln r_1}{r_2 - r_1} \right\} \quad \text{----- 00} \end{aligned}$$

この(10)式から熱伝導率を求めると、

$$\lambda = \frac{q}{4\pi} \cdot \frac{\left\{ \frac{r_4 \ln r_4 - r_3 \ln r_3}{r_4 - r_3} - \frac{r_2 \ln r_2 - r_1 \ln r_1}{r_2 - r_1} \right\}}{\frac{1}{r_4 - r_3} \int_{r_3}^{r_4} T dr - \frac{1}{r_2 - r_1} \int_{r_1}^{r_2} T dr} \quad \text{----- 01}$$

この(11)式が加熱線の周囲に全て試料の存在する場合の熱伝導率 λ を求める一般式である。

したがって、(11)式に係る方法にあつては予め r_1 、 r_2 、 r_3 、 r_4 を設定し、時間 $r_1 \sim r_2$ および時間 $r_3 \sim r_4$ についての加熱線の測定温

熱線、測定素子を介して熱伝導率を測定する場合に対するものである。この場合には従来の測定方法では次式の演算によつて未知試料の熱伝導率 λ を求めていた。

$$\lambda = K \cdot \frac{I^2 \ln(r_4/r_1)}{T_4 - T_1} - H \quad \text{----- 04}$$

ただし H は既知試料の熱伝導率に対応する値であり、 K は定数である。さらに、 I は加熱線を通れる一定電流である。

前述した(11)式を参考 ($r_2 - r_1 = r_4 - r_3$) として、(11)式の積分形として次式が求められる。

$$\lambda = K' \cdot \frac{I^2 (r_4 \ln r_4 - r_3 \ln r_3 - r_2 \ln r_2 + r_1 \ln r_1)}{\int_{r_3}^{r_4} T dr - \int_{r_1}^{r_2} T dr} - H' \quad \text{--- 05}$$

さらに、(11)式において、 $r_2 = r_3 = r_{23}$ の条件を付加すれば、次式のように簡単な式となる。

$$\lambda = K' \cdot \frac{I^2 (r_4 \ln r_4 - 2 r_{23} \ln r_{23} + r_1 \ln r_1)}{\int_{r_{23}}^{r_4} T dr - \int_{r_1}^{r_{23}} T dr} - H' \quad \text{----- 06}$$

ここで定数 K' 、 H' は予め別途用派した熱伝導率の定まつた標準試料によつて決定できるもの

であり、 r_1 ないし r_4 も予め決定できる定数である。したがって $\int_{r_3}^{r_4} Tdr = \int_{r_1}^{r_2} Tdr$ の値、さらには、 $\int_{r_{23}}^{r_4} Tdr = \int_{r_1}^{r_{23}} Tdr$ の値にもとづいて熱伝導率 λ を求めることができる。

まず、本発明方法に使用されるプローブ部 1 を第 1 図を参照して説明する。すなわち、熱伝導率を測定すべき試料部 2 は、たとえば半円柱状の試料 2 a であり、他方 2 b は熱伝導率が既知の材料（半円柱状）であつて、これらを重合することにより円柱状をなすものである。また、加熱線 3 は、試料構成体 2 a、2 b 間に挟まれ、これらが重合した時に試料部 2 の中心軸に配置されるようになつてゐる。この加熱線 3 は丸線あるいは帯線等からなる。そして、この加熱線 3 の中央部には絶縁塗料たとえば熱電対 4 の熱接点 4 a がスポット溶接等の手段により取り付けられている。また、図中 5 はコ字形をなす支持枠であり、この支持枠 5 の端部の端子 6、6 に上記加熱線 3 がその両端を固定されて直線状態を保持されるようになつてゐる。また、支持枠 5 端部の他の端子 7、7 に上

記熱電対 4 の両端が接続されている。なお、上記熱接点 4 a は加熱線 3 の近傍に配置してもよい。

次に本発明方法をペンレコーダの記録にもとづいて実施する場合を第 2 図を参照して説明する。すなわち、加熱線 3 に一定電力の供給を開始してから熱電対 4 の出力 V をペンレコーダ（図示せず）によつて記録する。これにより、記録紙には第 2 図に示す曲線が描かれる。そして、この記録紙の A 部分と B 部分を切り取り、これらの重量を別個に精密秤によつて測定する。これら A 部分および B 部分の重量を m_A 、 m_B 単位はたとえば mg とすると次式が成立する。

$$\int_{r_1}^{r_{23}} Tdr = \frac{1}{\eta} \int_{r_1}^{r_{23}} Vdr = \{Vc(r_{23}-r_1) + m_A \frac{1}{a \cdot \rho}\} \frac{1}{\eta} \quad \text{----- 07}$$

同様に

$$\int_{r_{23}}^{r_4} Tdr = \frac{1}{\eta} \int_{r_{23}}^{r_4} Vdr = \{Vc(r_4-r_{23}) + m_B \frac{1}{a \cdot \rho}\} \frac{1}{\eta} \quad \text{----- 08}$$

ここで Vc : 測定、計算を簡易に行なうための

カット電圧

ρ : 記録紙の単位面積当りの重量

(単位 mg/mm^2)

a : $1mV$ 、1秒のます目に対応する記

録紙の面積 ($mm^2/mV \cdot S$)

η : 平均熱電能 ($^{\circ}C/mV$)

なお、第 2 図中 V_0 はブリカット電圧である。ここで平均熱電能 η は、 r_1 、 r_4 時点での測定温度が T_1 、 T_4 である時、 $\frac{T_1+T_4}{2}$ に対応する熱電能として求める。そして、これら $\int_{r_1}^{r_{23}} Tdr$ 、 $\int_{r_{23}}^{r_4} Tdr$ を 07 式に代入することにより熱伝導率 λ を求める。

次に本発明方法をデジタルプリンタを用いて実施する場合について第 3 図を参照して説明する。すなわち、熱電対 4 の出力 V (零時点での出力 V_0 でブリカットしてもよい) をデジタルプリンタにより第 3 図に示すようにして描く。詳述すると、加熱線 3 の温度 T の $r_1 \sim r_{23}$ についての積分値および $r_{23} \sim r_4$ についての積分値を、以下のようになどたとえば 1 秒おきの電圧値を代入して求める。

この実施例では $r_1 = 3.0$ 秒、 $r_{23} = 4.5$ 秒、 $r_4 = 6.0$ 秒として計算する。

$$\int_{r_1}^{r_{23}} Tdr = \frac{1}{\eta} \int_{r_1}^{r_{23}} Vdr = \left(\frac{1}{2} V_{3.0} + V_{3.1} \dots V_{4.4} + \frac{1}{2} V_{4.5}\right) \frac{1}{\eta} \quad \text{----- 09}$$

$$\int_{r_{23}}^{r_4} Tdr = \frac{1}{\eta} \int_{r_{23}}^{r_4} Vdr = \left(\frac{1}{2} V_{4.5} + V_{4.6} \dots V_{5.9} + \frac{1}{2} V_{6.0}\right) \frac{1}{\eta} \quad \text{----- 00}$$

ここで $V_{3.0} \dots V_{6.0}$ は各時点 3.0 秒 \dots 6.0 秒にかける出力電圧である。

これら $\int_{r_1}^{r_{23}} Tdr$ 、 $\int_{r_{23}}^{r_4} Tdr$ を 07 式に代入して熱伝導率 λ を求める。

次に、本発明方法を実施して熱伝導率をデジタル演算により自動的に測定する装置の例について第 4 図を参照して説明する。第 4 図中 1 は第 1 図に詳細を図示したプローブ部であり、第 1 図の符号 2 a は試料、符号 2 b は熱伝導率が既知の材料である。このプローブ部 1 の熱電対 4 の出力は、モードスイッチ 11、前置増幅器 12、低歪計測

用アンプ13により増幅されてアナログマルチプレクサー14の第1の入力端14aに供給される。他方、熱電対4の冷接点の温度は、たとえば測温抵抗体等を内蔵した自動冷接点補償器15によつて測定され、この補償器15の出力は冷接点用アンプ16により増幅された後、上記アナログマルチプレクサー14の第2の入力端14bに供給される。これらアナログマルチプレクサー14の第1の入力端14aと第2の入力端14bに供給された各出力は、後述するように被測定温度 T_m を演算するための情報となるものである。また、上記熱電対4の出力は上述した前置増幅器12により増幅されブリカッパ回路17によりブリカッパレベル分を減じられた後、積分器42に供給され、この積分器42により積分された出力は上記アナログマルチプレクサー14の第3の入力端14cに供給されるようになっている。この第3の入力端14cに供給された出力は後述するように熱伝導率の演算をするための情報となる。そして、このアナログマルチプレクサー14に供給された各

詳しくは後述する。また、前述した熱電対4の出力は前置増幅器12、他のブリカッパ回路29を介してレコーダ30、可動コイル指示計器31に出力されるようになっている。これらレコーダ30、可動コイル指示計器31は、加熱炉温度を常時アナログ表示するようになっている。また、前述したモードスイッチ11を切り換えて回路を内部基準電圧発生器32に接続し、回路の較正を行なえるようになっている。また、このモードスイッチ11からデジタルインプット回路19に、測定、較正のいずれかのモード状態にあるかを知らせる信号が出力されている。次に電源制御のための回路について説明する。すなわち、交流電圧(AC 100V)の入力はパワースイッチ33、ヒューズ34を介して電源回路35に供給される。この電源回路35は入力される交流電圧(AC 100V)の整流、変圧を行ない、上述した制御回路用の電源回路41に5~15Vの直流電圧を供給するようになっている。また、この電源回路35は、直流定電流回路36、電流制御器37を

アナログデータは、このアナログマルチプレクサー14の制御入力端に出力される制御信号に従つてA/D変換器18に送られてデジタルデータに変換され、さらにデジタルインプット回路19、処理装置20を介して記憶装置21に記憶される。

なお、上記インプット回路19にはリセット釦22、スタート釦23によりリセット信号、スタート信号が入力されるようになっている。さらに、インプット回路19には定数設定器43により定数 K' と定数 H' がデジタル入力され、処理装置20を介して記憶装置21に記憶される。また、上記処理装置20はデジタルアウト回路24、D/A変換器25を介してブリカッパ回路17にブリカッパ電圧信号を出力するようになっている。さらに処理装置20はデジタルアウト回路24を介して積分器42に積分開始信号を出力するようになっている。また、上記処理装置20は、デジタルアウト回路24を介して熱伝導率デジタル表示装置26、被測定温度デジタル表示装置27、準備OKランプ28を制御するようになっている。

介して加熱線3に一定電圧を供給するようになっている。なお、38は加熱線3に流れる電流を常時アナログ表示する電流計である。また、39は電流値切換器であり、電流値情報を電流制御器37へ供給するとともにデジタルインプット回路19、処理装置20を介して記憶装置21へ供給するようになっている。また、前述したスタート釦23からのスタート信号は処理装置20、デジタルアウト回路24を介して電流値制御器37へ出力され、これにより、加熱線3への電力供給が開始されるようになっている。

次に上述した構成をなす測定装置の作用を説明する。一例として、被測定温度が室温より高い場合について説明する。まず、試料部2を図示しない加熱炉内に置き、加熱する。この加熱開始後適宜時間経過して安定状態となつた後、パワースイッチ33をONするとともにリセット釦22を押して記憶装置21をクリアする。これにより、加熱炉温度の測定が開始される。すなわち、熱電対4の出力は温度計測用アンプ13を介してアナロ

マルチプレクサ—14に出力され、さらにA/D変換器18によりデジタル信号に変換された後、デジタルインプット回路19、処理装置20を介して記憶装置21に送られる。この温度情報は、アナログマルチプレクサ—14に送られる制御信号により、所定時間毎に送出されるものである。なお、準備OKランプ28はスタート釦23を押した後、一定時間経過すると、常に点灯する。操作者はこの点灯を確認した後スタート釦23を押す。すると、スタート信号がデジタルインプット回路19を介して処理装置20に供給される。さらにこのスタート信号は処理装置20からデジタルアウト回路24を介して電流制御器37に出力され、電流制御器37はこれを受けて加熱線3への一定電力供給を開始する。なお、この電力供給開始時点を零時点と称する。

そして、この零時点から t_1 時間経過した時の熱電対4の出力情報 V_1 を受けた処理装置20は、 V_1 なる情報をD/A変換器25に出力し、これを受けたD/A変換器25は、 V_1 なるアナログ

情報をブリカット回路17に供給する。したがって、 t_1 時点において、熱電対4からブリカット回路17へ送出された出力はD/A変換器25からの出力分だけ減じられ、よつて、このブリカット回路17から積分器42への出力はこの t_1 時点においてOVとなる。そして、この積分器42への出力がOVであることを処理装置20で検知した後、この処理装置20からデジタルアウト回路24を介して積分器42へ積分開始信号が出力され、これを受けて積分器42は積分動作を開始する。なお、上記ブリカットレベル信号の出力、積分器42へのOV出力の確認等はきわめて短時間になされるから、積分器42は t_1 時点において積分動作を開始したものとしてさしつかえない。さらに、 t_{23} 時点において、処理装置20はアナログマルチプレクサ—14に制御信号を出力し、これにより t_1 時点から t_{23} 時点についてのブリカットされた熱電対4の出力の積分値 $\int_{t_1}^{t_{23}} Vdr$ (これは後述するように加熱線3の温度を T とした時の積分値 $\int_{t_1}^{t_{23}} Tdr$ なる情報に対応するもの

$$= \int_{t_{23}}^{t_4} Vdr - \int_{t_1}^{t_{23}} Vdr \quad \text{----- (2)}$$

ここで前述した図式における

$$\int_{t_{23}}^{t_4} Tdr - \int_{t_1}^{t_{23}} Tdr \text{ なる値は (2) 式によつて得}$$

られる

$$\int_{t_{23}}^{t_4} Vdr - \int_{t_1}^{t_{23}} Vdr \text{ なる値と次の関係にある。}$$

$$\int_{t_{23}}^{t_4} Tdr - \int_{t_1}^{t_{23}} Tdr = (\int_{t_{23}}^{t_4} Vdr - \int_{t_1}^{t_{23}} Vdr) \frac{1}{\bar{V}} \quad \text{----- (3)}$$

ただし、 \bar{V} は平均熱電能である。

したがって、処理装置20は次の計算を行なうことにより図式を演算することになり熱伝達率 λ を求めることができる。

$$\lambda = K' \cdot I^2 \cdot \bar{V} \cdot (t_4 \ln t_4 - 2 t_{23} \ln t_{23} + t_1 \ln t_1) \div X \cdot H'$$

ここで、

$$K' \cdot I^2 \cdot \bar{V} \cdot (t_4 \ln t_4 - 2 t_{23} \ln t_{23} + t_1 \ln t_1) \text{ 及び } H'$$

は予め記憶装置21に記憶されている定数である。

である。)のアナログ情報は、A/D変換器18によりデジタル情報に変換され、デジタルインプット回路19、処理装置20を介して記憶装置21に記憶される。さらに t_4 時点において処理装置20からアナログマルチプレクサ—14に制御信号が出力され、これにより、上述したと同様にして t_1 から t_4 までの積分値情報 $\int_{t_1}^{t_4} Vdr$ が記憶装置21に記憶される。そして、この記憶装置21に記憶された情報 $\int_{t_1}^{t_4} Vdr$ 、 $\int_{t_1}^{t_{23}} Vdr$ にもついで処理装置20は次の演算を行う。すなわち、まず上記情報を演算処理して、次の値を得る。

$$X = \int_{t_1}^{t_4} Vdr - 2 \int_{t_1}^{t_{23}} Vdr \quad \text{----- (2)}$$

この値 X は以下のような等式から

$$\int_{t_{23}}^{t_4} Vdr - \int_{t_1}^{t_{23}} Vdr \text{ と同値である。}$$

すなわち、

$$\begin{aligned} X &= \int_{t_1}^{t_4} Vdr - 2 \int_{t_1}^{t_{23}} Vdr \\ &= (\int_{t_{23}}^{t_4} Vdr + \int_{t_1}^{t_{23}} Vdr) - 2 \int_{t_1}^{t_{23}} Vdr \end{aligned}$$

電流値 I の情報は電流値切換器 39 から、また、定数 K' 、 H' は定数設定器 43 から、デジタルインプット回路 19、処理装置 20 を介して記憶装置 21 に供給されるものであり、熱電対 2、時間 t_1 、 t_2 、 t_4 の情報も予め処理装置 20 を介して記憶回路 21 に供給されている。このようにして演算された熱伝導率 λ の情報は、デジタルアウト回路 24 を介して熱伝導率デジタル表示装置 26 に送られ、ここで表示される。また、被測定温度 T_m は、記憶装置 21 に記憶された温度情報 T_0 、 T_4 から、上記処理装置 20 における次式の演算によつて求める。

$$T_m = \frac{T_0 + T_4}{2} \quad \text{----- 24}$$

なお、これら温度情報 T_0 、 T_4 は、アナログマルチプレクサ 14 の第 1、第 2 の入力端 14a、14b に出力されたデータにもとづいて処理装置 20 の演算により求めるものである。また上記被測定温度 T_m は処理装置 20 の制御により被測定温度表示装置 27 にデジタル表示される。

温度 T_m を算出し、この算出結果は被測定温度表示装置 57 に送られるようになっている。なお、詳しい作動は後述する。

また、上記熱電対 4 からの出力が熱伝導率演算のために使用される場合について説明すると、この出力はブリカット回路 58 に送られ、さらにこのブリカット回路 58 から減算器 59 の反転入力端に送られるとともにスイッチング手段としてのリレー R_3 を介して非反転入力端に送られるようになっている。このリレー R_3 にはメモリ M_3 が接続されている。そして、この減算器 59 の出力は積分器 60 により積分された後記憶回路 61 へ送られるようになっている。この記憶回路 61 は、スイッチング手段としてのリレー R_4 とメモリ M_4 とからなる回路と、スイッチング手段としてのリレー R_5 とメモリ M_5 とからなる回路を並列に接続することにより構成されている。そして、これらメモリ M_4 、メモリ M_5 に蓄えられた情報は減算器 62 の各入力端に送られるようになっている。この減算器 62 の出力は演算器 63 に送られるよ

次に、本発明方法を実施して熱伝導率をアナログ演算により自動的に測定する装置の例について第 5 図にもとづき説明する。すなわち、第 5 図中 1 は第 1 図のプロープ部を示し、第 1 図の符号 2a は試料、符号 2b は熱伝導率が既知の材料である。加熱線 3 は電流制御器 50 を介して直流定電流電源 51 に接続されている。他方、熱電対 4 の出力は、プリアンプ 52 により増幅され、被測定温度を演算するための情報となるとともに、熱伝導率を演算するための情報ともなる。まず、被測定温度の情報として使用される場合について説明すると、上記プリアンプ 52 からの出力は冷接点補償回路 53、調整用アンプ 54 を介して記憶回路 55 に送られるようになっている。この記憶回路 55 は、スイッチング手段としてのリレー R_1 とコンデンサからなるメモリ M_1 の回路と、スイッチング手段としてのリレー R_2 とメモリ M_2 の回路とを並列に接続して構成されるものである。そして、各メモリ M_1 、 M_2 に記憶されたアナログ情報は加算器 56 により加算演算されて被測定

うになっている。また、演算器 63 へは定数設定器 68 から定数 K' 、 H' に応じた値が入力されるようになっている。

次に、熱電対 4 の出力はプリアンプ 52、ブリカット回路 58 を介して補償回路 64 に送られるようになっている。この補償回路 64 はこのアナログ情報にもとづいて後述する補償係数の情報を算出して上記演算器 63 に出力するものである。上記演算器 63 では記憶回路 61、補償回路 64 及び定数設定器 68 の情報にもとづいて熱伝導率 λ を演算しその結果が熱伝導率表示装置 65 に送られるようになっている。なお、66 は制御回路であり、この制御回路 66 はパルス発生回路 67 からのパルス信号を受け、直流定電流電源 51、リレー $R_1 \sim R_5$ へ制御信号を出力するようになっている。

次に上記構成をなす装置の作用を説明する。一例として被測定温度が室温より高い場合について説明する。加熱炉に入れた試料部 2 が被測定温度 T_m の近傍温度で一定になった時に、ブリカット

回路58におけるブリカット電圧を熱電対からの出力電圧と同値になるようにこのブリカット回路58のボリューム58aにより設定する。これにより、この時点におけるブリカット回路58からの出力電圧が零になる。次に制御回路66にスタート信号を送り、これを受けた制御回路66は直流定電流電源51に電力供給開始信号を出力し、これにより、加熱線3への一定電力の供給を開始させる。そして、この制御回路66はこの電力供給開始時点(零時点)にリレーR₁に制御信号を送りこのリレーR₁をONからOFFに切り換える。これにより熱電対4から出力された零時点での温度情報T₀に対応する電圧がメモリM₁に蓄えられる。また、上記制御回路66はτ₁時点においてリレーR₂に制御信号を送りこのリレーR₂をONからOFFに切り換え、これにより、メモリM₂にはτ₁時点での温度情報T₁に対応する電圧が蓄えられる。そして、これらメモリM₁、M₂に記憶された温度情報T₀、T₁は、加算器56に送られ、この加算器56において被

測定温度T_mの演算が行われる。

$$T_m = \frac{T_0 + T_1}{2}$$

この演算により算出された被測定温度T_mは被測定温度表示装置57に送られこて表示される。なお、この表示装置57において、加算器56から出力されたアナログ情報をそのままアナログ表示してもよいし、また、A/D変換器によりデジタル情報に変換した後デジタル表示してもよい。

次に熱伝導率λの演算、表示について説明する。

上述した零時点以降、熱電対4からの出力はブリアンプ52、ブリカット回路58を経て減算器59へ送られる。τ₁時点以前ではリレーR₃がONの状態にあり減算器59の各入力端には同レベル電圧が入力されるから、この減算器59からの出力は零である。したがって積分器60は実質的に積分動作しない。そして、τ₁時点において制御回路66からリレーR₃へ制御信号が出力され、このリレーR₃がONからOFFに切り換えられることにより、メモリM₃にはτ₁時点での

$$X = \int_{\tau_1}^{\tau_4} V d\tau - 2 \int_{\tau_1}^{\tau_3} V d\tau$$

ここで

$$\int_{\tau_1}^{\tau_4} V d\tau = \int_{\tau_1}^{\tau_3} V d\tau + \int_{\tau_3}^{\tau_4} V d\tau \text{ である}$$

から実質的に

$$X = \int_{\tau_3}^{\tau_4} V d\tau - \int_{\tau_1}^{\tau_3} V d\tau \text{ を演算したことになる。}$$

なる。

そして、この情報Xは演算器63に送られる。

他方、補償回路64からは $\frac{\eta R}{\eta_0 R_0}$ なる情報が出力される。

この演算器63で熱伝導率λが演算されるが、これを以下に詳述する。すなわち、前述したように熱伝導率λは0式により求まるものであり、0式で、T=V/ηであるからこれを0式に代入して次式を得る。

$$\lambda = K' I^2 \eta \cdot \frac{(\tau_4 \Delta \tau_4 - 2\tau_3 \Delta \tau_3 + \tau_1 \Delta \tau_1)}{\int_{\tau_3}^{\tau_4} V d\tau - \int_{\tau_1}^{\tau_3} V d\tau} \cdot H'$$

----- 四

熱電対4の出力電圧が蓄えられ、このメモリM₃に蓄えられた電圧は減算器59の反転入力端に入力される。他方τ₁時点以降の熱電対4の出力はこの減算器59の非反転入力端に入力される。これによりτ₁時点以降の減算器59からの出力は、τ₁時点以降の熱電対4の出力からτ₁時点での出力を減じたものとなり、積分器60へ出力される。したがって積分器60はτ₁時点で実質的に積分動作を開始しその積分情報を記憶回路61へ送る。そして、この記憶回路61におけるリレーR₄は制御回路66からの制御信号によりτ₁時点でOFFからONに切り換わりτ₂₃時点でOFFし、これによりメモリM₄はτ₁～τ₂₃での積分電圧 $\int_{\tau_1}^{\tau_{23}} V d\tau$ を蓄える。また、リレーR₅は制御回路66からの制御信号によりτ₁時点でOFFからONに切り換わりτ₄時点でOFFし、これによりメモリM₅はτ₁～τ₄での積分電圧 $\int_{\tau_1}^{\tau_4} V d\tau$ を蓄える。これらメモリM₄、M₅に記憶された情報は減算器52に出力され、この減算器52において次の演算を行なう。

ここで熱電能 η は熱電対4の温度によつて若干変化し、加熱線3の抵抗 R は加熱線3の温度によつて若干変化する。これら η 、 R の変化分を前述した補償回路64によつて補正する。すなわち、 η と R の関式における補正としては ηR の積として与えられる。

$$\eta R = \eta_0 R_0 \left(\frac{\eta R}{\eta_0 R_0} \right)$$

とくと、 η_0 、 R_0 は室温たとえ25℃での値である。これを関式に補正項として加えると次式を得る。

$$\lambda = K'' \eta_0 R_0 I^2 (r_4 \ln r_4 - 2 r_{23} \ln r_{23} + r_1 \ln r_1) \times \left(\frac{\eta R}{\eta_0 R_0} \right) \div X - H' \quad \text{----- (2)}$$

ここで、 $K'' R = K'$

したがつて演算器63において、予め設定された定数 $\eta_0 R_0 I^2 (r_4 \ln r_4 - 2 r_{23} \ln r_{23} + r_1 \ln r_1)$ に補償回路64からの情報 $\frac{\eta R}{\eta_0 R_0}$ を

以上説明したように特許請求の範囲第1項記載の方法によれば加熱線への電力供給開始時すなわち零時点以降の2時点 r_1 、 r_2 間の加熱線又はその近傍の温度の積分値 $\int_{r_1}^{r_2} T dr$ と、2時点 r_3 、 r_4 間の測定温度 T の積分値 $\int_{r_3}^{r_4} T dr$ （ただし $r_1 < r_4$ ）との差 $\int_{r_3}^{r_4} T dr - \int_{r_1}^{r_2} T dr$ にもとづいて熱伝導率を測定するようにしたものである。このように積分値にもとづいて熱伝導率 λ を求めるものであるから、特定時点での測定温度の誤差が熱伝導率の値に直接影響するのを防止でき、正確な熱伝導率 λ を求めることができる。特に、熱伝導率の高い材料にきわめて有効である。

また、特許請求の範囲第3項に記載した熱伝導率測定装置によれば熱伝導率をデジタル演算して自動的に測定、表示でき、また、特許請求の範囲第4項に記載した熱伝導率測定装置によれば熱伝導率アナログ演算して自動的に測定表示できる。しかもこれら測定装置によれば r_1 時点で積分器の積分動作を開始させ、 r_{23} 、 r_4 時点で積分器からの積分値情報 $\int_{r_1}^{r_{23}} V dr$ 、 $\int_{r_1}^{r_4} V dr$ を取り

とえは1.05を乗じ、さらに定数設定器からの情報 K' 、 H' とこれを減算器62からの情報 X とにより、関式を演算することにより熱伝導率 λ を算出することができる。なお、補償回路64から出力される情報 $\frac{\eta R}{\eta_0 R_0}$ は、熱電対4からプリアンプ52、プリカント回路58を経て補償回路64に出力された情報にもとづいて決定されるものである。

また、この補償回路64から出力される情報 $\frac{\eta R}{\eta_0 R_0}$ の値は、使用温度範囲に限られると極めて1に近い値となるので、この回路を省略することも出来る。このとき、 R の値は一定の値となるので、熱伝導率 λ の演算式は、実質的に、関式を用いることになる。

このようにして演算器63で算出された熱伝導率 λ は熱伝導率表示装置65に出力され、ここで表示される。なお、この表示装置65において、熱伝導率 λ のアナログ情報をそのままアナログ表示してもよいし、A/D変換器によりデジタル情報に変換してデジタル表示してもよい。

出し、この積分値情報にもとづいて

$X = \int_{r_1}^{r_4} V dr - 2 \int_{r_1}^{r_{23}} V dr$ （この値 X は $\int_{r_1}^{r_4} T dr - \int_{r_1}^{r_{23}} T dr$ なる情報に対応するものである。）を演算し、この X にもとづいて関式から熱伝導率を求めるようにしたから、積分器は1個で済み、構造が簡単となり、しかも演算精度が向上する。

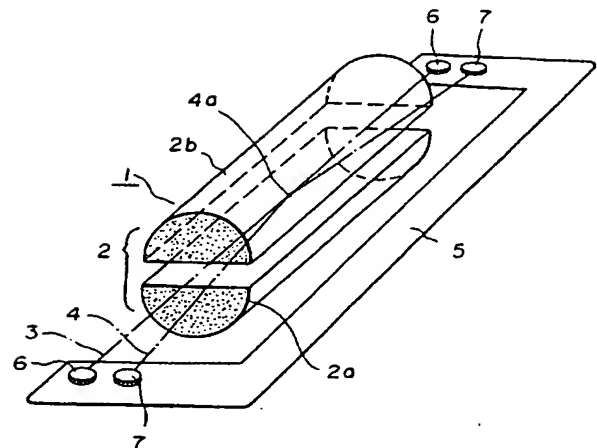
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明に係る熱伝導率測定方法および装置に使用されるプローブ部の斜視図、第2図は本発明に係る測定方法の実施例を説明する図、第3図は本発明に係る測定方法の他の実施例を説明する図、第4図は熱伝導率をデジタル演算により自動的に測定する装置を示すブロック図、第5図は熱伝導率をアナログ演算により自動的に測定する装置を示すブロック図である。

2……試料部、2a……試料、2b……熱伝導率既知の材料、3……加熱線、4……熱電対（测温

素子)、18……A/D変換器、20……処理装
置、21……記憶装置、26……熱伝導率表示装
置、42……積分器、60……積分器、61……
記憶回路、62……減算器、63……演算器、
65……熱伝導率表示装置、66……制御回路、
 R_3, R_4, R_5 ……リレー(スイッチング手段)、
 M_4, M_5 ……メモリ。

第 1 図

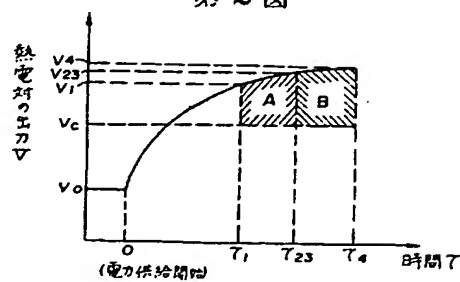


出願人 昭和電工株式会社

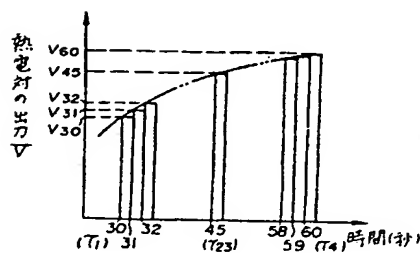
代理人 弁理士 志賀正武



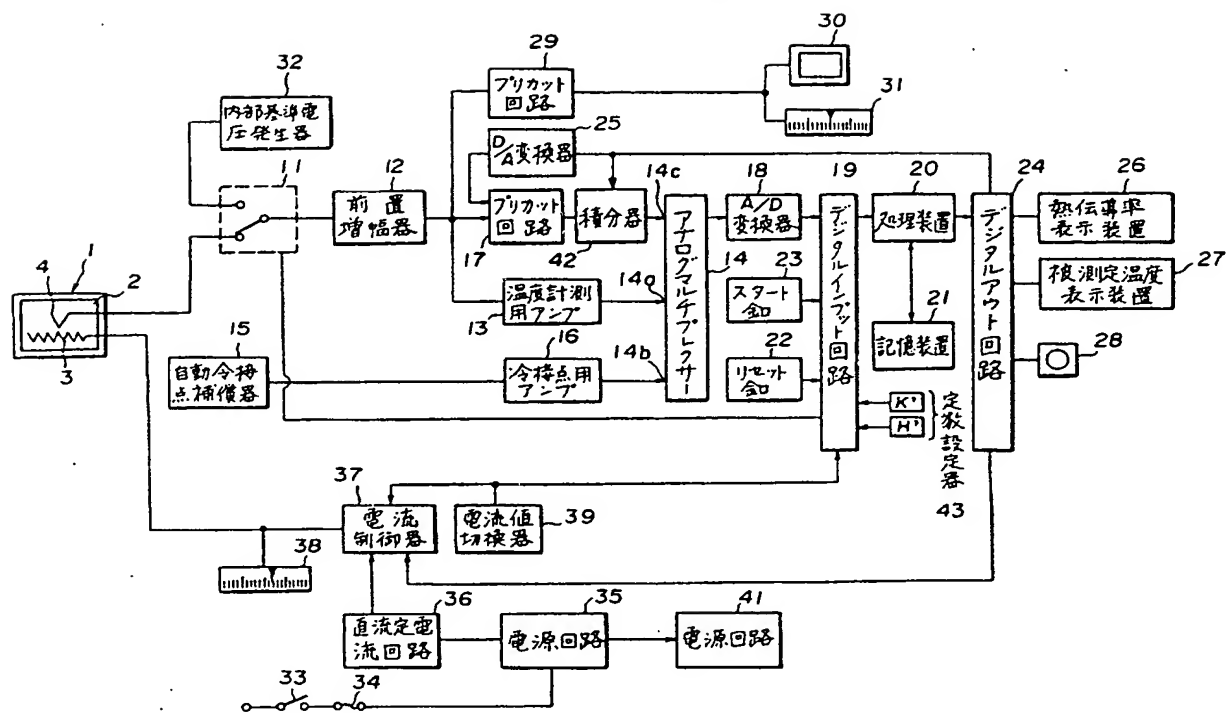
第 2 図



第 3 図



第 4 図



第 5 図

